

PATENT ABSTRACTS OF JAPAN

No. 5

(11)Publication number : 06-017159

(43)Date of publication of application : 25.01.1994

(51)Int.Cl.

C22B 34/12

(21)Application number : 04-197670

(71)Applicant : MITSUBISHI MATERIALS CORP

(22)Date of filing : 01.07.1992

(72)Inventor : KITAMURA HIDEO
MIHASHI AKIRA
SAHIRA TATEAKI

(54) PRODUCTION OF LOW OXYGEN HIGH PURITY TI MATERIAL

(57)Abstract:

PURPOSE: To easily produce a low carbon high purity Ti material at a low cost by melting, by induction heating, a high purity Ti material prepared by a molten salt electrolytic method in a fused flux composed essentially of Ca and alkaline earth halide in a water-cooled copper crucible.

CONSTITUTION: A high purity Ti material prepared by molten salt electrolysis or a high purity Ti material prepared by subjecting it to vacuum electron beam melting contains about 100 to 160ppm oxygen. This Ti material is used as a raw material. This raw material is subjected to induction heating melting in an inert atmosphere in a water-cooled copper crucible in an induction skull melting furnace, in the state where this raw material is immersed in a fused flux composed essentially of Ca and alkaline earth halide. At this time, suitable melting and holding temp. is about 1700° C, and also suitable holding time is about 10-50min. By this method, oxygen content in the above raw material can be reduced to ≤80ppm, and the low oxygen high purity Ti material can be obtained.

LEGAL STATUS

[Date of request for examination]

[Date of sending the examiner's decision of rejection]

[Kind of final disposal of application other than the examiner's decision of rejection or application converted registration]

[Date of final disposal for application]

[Patent number]

[Date of registration]

[Number of appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of requesting appeal against examiner's decision of rejection]

[Date of extinction of right]

Copyright (C); 1998,2003 Japan Patent Office

(19)日本国特許庁(JP)

(12) 公開特許公報(A)

(11)特許出願公開番号

特開平6-17159

(43)公開日 平成6年(1994)1月25日

(51)Int.Cl. ⁵	識別記号	庁内整理番号	FI	技術表示箇所
C 2 2 B 34/12	1 0 3			

審査請求 未請求 請求項の数1(全 3 頁)

(21)出願番号	特願平4-197670	(71)出願人	000006264 三菱マテリアル株式会社 東京都千代田区大手町1丁目5番1号
(22)出願日	平成4年(1992)7月1日	(72)発明者	北村 英男 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
		(72)発明者	三橋 章 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
		(72)発明者	佐平 健彰 埼玉県大宮市北袋町1-297 三菱マテリアル株式会社中央研究所内
		(74)代理人	弁理士 富田 和夫 (外1名)

(54)【発明の名称】 低酸素高純度Ti材の製造方法

(57)【要約】

【目的】 酸素含有量が80ppm以下の低酸素高純度Ti材を製造する。

【構成】 低酸素高純度Ti材を、原料として熔融塩電解高純度Ti材、またはこれの真空電子ビーム溶解高純度Ti材を用い、これを誘導スカル溶解炉の水冷銅るつぽにおいて、不活性雰囲気中、Caとアルカリ土類ハロゲン化合物を主成分とする熔融フラックス内に浸漬した状態で誘導加熱熔融することにより製造する。

【特許請求の範囲】

【請求項1】 原料として熔融塩電解高純度Ti材またはこれの真空電子ビーム溶解高純度Ti材を用い、これを誘導スカル溶解炉の水冷銅るつばにおいて、不活性雰囲気中、Caとアルカリ土類ハロゲン化合物を主成分とする熔融フラックス内に浸漬した状態で誘導加熱溶解することにより酸素含有量を80ppm以下に低減することを特徴とする低酸素高純度Ti材の製造方法。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【産業上の利用分野】この発明は、酸素含有量が80ppm以下の低酸素高純度Ti材の製造方法に関するものである。

【0002】

【従来の技術】従来、一般に、高純度Ti材が、例えば半導体素子表面のスパッタリング法による薄膜形成にターゲット材として用いられ、この高純度Ti材が、例えば特開昭62-280335号公報に記載される通り熔融塩電解高純度Ti材を 5×10^{-5} torrの高真空中、電子ビーム溶解することにより製造されることも知られている。

【0003】

【発明が解決しようとする課題】一方、近年の半導体素子の高集積化に伴ない、これの配線回路の密集化、細線化、および薄肉化の傾向は著しく、このため前記配線回路の形成に供せられるTi薄膜、すなわち前記Ti薄膜の形成に用いられる高純度Ti材には、特に配線回路の安定性を確保する目的で酸素含有量のより一段の低減が強く望まれている。

【0004】

【課題を解決するための手段】そこで、本発明者等は、上述のような観点から、より一段と酸素含有量の低い高純度Ti材を製造すべく研究を行なった結果、一般に上記の従来高純度Ti材、すなわち熔融塩電解高純度Ti

材またはこれの真空電子ビーム溶解高純度Ti材は、100~160ppm程度の酸素を含有するが、これを原料として用い、これを誘導スカル溶解炉の水冷銅るつばにおいて、不活性雰囲気中、Caとアルカリ土類ハロゲン化合物を主成分とする熔融フラックス内に浸漬した状態で誘導加熱溶解すると、酸素が減少するようになり、酸素含有量を80ppm以下に低減できるという研究結果を得たのである。

【0005】この発明は、上記の研究結果にもとづいてなされたものであって、原料として熔融塩電解高純度Ti材またはこれの真空電子ビーム溶解高純度Ti材を用い、これを、誘導スカル溶解炉の水冷銅るつばにおいて、不活性雰囲気中、Caとアルカリ土類ハロゲン化合物を主成分とする熔融フラックス内に浸漬した状態で誘導加熱溶解すること、により酸素含有量を80ppm以下に低減した低酸素高純度Ti材を製造する方法に特徴を有するものである。

【0006】

【実施例】つぎに、この発明の方法を実施例により具体的に説明する。原料として、それぞれ表1に示される酸素含有量の熔融塩電解高純度Ti材、およびこれの真空電子ビーム溶解高純度Ti材を用意し、これを通常の誘導スカル溶解炉の水冷銅るつば内に5kg、同じく表1に示される配合組成のフラックス：10kgと共に装入し、前記誘導スカル溶解炉内の雰囲気を表1に示される雰囲気とした状態で印加し、前記高純度Ti材およびフラックスを誘導加熱溶解して、熔融フラックス内に前記溶解高純度Ti材が浸漬した状態とし、この溶解高純度Ti材を表1に示される温度に同じく表1に示される時間保持した後、炉冷することにより本発明法1~8をそれぞれ実施し、酸素含有量を測定した。この測定結果も表1に示した。

【0007】

【表1】

種別	原料	フラックス配合組成 (重量%)	誘導加熱溶解条件			酸素含有量 (ppm)
			雰囲気	溶解保持温度 (°C)	保持時間 (分)	
1	溶融塩電解高純度Ti材	40%Ca-60%CaCl ₂	Ar	1700	50	47
2		25%Ca-60%CaCl ₂ -15%BaF ₂	Ar	1750	30	50
3		30%Ca-70%CaCl ₂	He	1700	30	72
4		30%Ca-50%CaCl ₂ -20%CaF ₂	Ar	1690	15	75
5	真空電子ビーム溶解高純度Ti材	35%Ca-40%CaCl ₂ -10%CaF ₂ -15%BaF ₂	He	1750	10	85
6		25%Ca-75%CaF ₂	Ar	1700	20	43
7		15%Ca-60%CaCl ₂ -25%CaF ₂	He	1690	30	65
8		35%Ca-65%CaCl ₂	Ar	1700	20	77

【0008】

【発明の効果】表1に示される結果から、従来高純度Ti材として知られている溶融塩電解高純度Ti材、およびこれの真空電子ビーム溶解高純度Ti材は、100～160ppmの酸素を含有するが、本発明法1～8によれば、いずれの場合にも、これを80ppm以下に低減することができることが明らかである。上述のように、従来酸素含有量が100ppm以下の高純度Ti材の製造は困

難であるとされていたものを、この発明の方法によれば、簡単な工程で、かつコスト安く80ppm以下の酸素含有量とすることができ、したがってこの結果の低酸素高純度Ti材をターゲット材として用いれば、スパッタリング法により低酸素高純度Ti薄膜を半導体素子表面に形成することができ、半導体素子の高集積化にも十分に対応することが可能となるなどの工業上有用な効果をもたらされるのである。